

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-119604

(43)Date of publication of application : 21.04.1992

(51)Int.Cl.

H01F 1/053

B22F 1/02

H01F 1/08

(21)Application number : 02-238988 (71)Applicant : FUJI DENKI KK

(22)Date of filing : 11.09.1990 (72)Inventor : MATSUO YOSHIO
HAYASHI TOMOYUKI
YASUMURA TAKAAKI
KIYOMIYA TERUO
NAKANO HIROFUMI
MATSUI KAZUO

(54) MANUFACTURE OF BONDED MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To recover the magnetic characteristics deteriorated by pulverization to provide a high magnetic characteristics by a method wherein, after bulk material has been powdered, classified and heat-treated, the powder is coated with the oxidation-resistant substance consisting of the single metal or the alloy of two or more kinds selected from Al, Sn, Zn, In, Pb and Ga, or an eutectic compound containing a kind of the above-mentioned elements.

CONSTITUTION: After sintered type or high-speed quenched type permanent magnet bulk material, containing rare-earth element, iron and boron as fundamental components, has been powdered, classified and heat-treated, the powder is coated with the single metal of a kind selected from Al, Sn, In, Pb and Ga, or the alloy of two or more kinds, or the oxidation-resistant substance consisting of the eutectic compound containing at least a kind of the above-mentioned six kinds of elements. After a heat treatment has been conducted again, the above material is mixed with a binder, and molded in a magnetic filed. Or, after powdering, classification and heat treatment have been finished, oxidation-resistant substance consisting of resin is coated or R(R indicates a kind of Nd, Pr, Dy, Ho and Tb and/or a kind of La, Ce, Sm, Er, Eu, Yb, La and Y) is added or coated, and then a heat treatment is conducted at 400 to 900° C for the period not exceeding three hours in a vacuum or inert atmosphere.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開
⑫ 公開特許公報(A) 平4-119604

⑬ Int. Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成4年(1992)4月21日
H 01 F 1/053
B 22 F 1/02
H 01 F 1/08 E 7803-4K
A 7371-5E
7371-5E H 01 F 1/04 H
審査請求 未請求 請求項の数 4 (全9頁)

⑮ 発明の名称 ボンド磁石を製造する方法

⑯ 特 願 平2-238988

⑰ 出 願 平2(1990)9月11日

⑱ 発 明 者	松 尾	良 夫	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑱ 発 明 者	林	智 幸	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑱ 発 明 者	安 村	隆 明	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑱ 発 明 者	清 宮	照 夫	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑱ 発 明 者	中 野	廣 文	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑱ 発 明 者	松 井	一 雄	東京都港区新橋5丁目36番11号	富士電気化学株式会社内
⑲ 出 願 人	富士電気株式会社		東京都港区新橋5丁目36番11号	
⑳ 代 理 人	弁理士 一色 健輔		外1名	

日 月 年 細 田 善 吉

1. 発明の名称

ボンド磁石を製造する方法

2. 特許請求の範囲

(1) 希土類元素、鉄及びボロンを基本成分とする焼結型又は高速急冷型永久磁石バルク体を粉碎、分級し、熱処理した後、Al, Sn, Zn, In, Pb, Gaのいずれか1種の単体金属若しくは2種以上の合金、あるいは該6種の元素の少なくとも1種を含む共晶化合物からなる耐酸化性物質をコーティングし、再度熱処理した後、バインダーと混合して、磁場中成形することを特徴とするボンド磁石を製造する方法。

(2) 希土類元素、鉄及びボロンを基本成分とする焼結型又は高速急冷型永久磁石バルク体を粉碎、分級し、熱処理した後、樹脂からなる耐酸化性物質をコーティングし、次いでバインダーと混合して、磁場中成形することを特徴とするボンド磁石を製造する方法。

(3) バルク体を粉碎、分級した後、該分級粉体

に、下記(A)～(F)のいずれか1つを添加又はコーティングすることを特徴とする請求項1, 2記載のボンド磁石を製造する方法。

(A) R (R: Nd, Pr, Dy, Ho, Tbのうちの少なくとも1種及び/又はLa, Ce, Sm, Er, Eu, Yb, Lu, Yのうちの少なくとも1種),

(B) $R_x T_m y$ (R: (A)と同じ、
Tm: Fe, Coのうちの少なくとも1種又は1部をSi, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W, Mg, Caのうちの少なくとも1種で置換したFe, Coのうちの少なくとも1種、

$$10 < x < 100, 0 < y < 90, \\ x + y = 100),$$

(C) $R_x M_y$ (R: (A)と同じ、
M: Al, Cu, Zn, Ga, Ge, Ag, In, Sn, Sb, Au, Biのうちの少なくとも1種、
 $20 < x < 100, 0 < y < 80, \\ x + y = 100),$

- (D) $R_x T_m y M_z$ (R : (A) と同じ、 T_m : (B) と同じ、 M : (C) と同じ、 $10 < x < 100$, $0 < y < 90$, $0 < z < 80$, $x + y + z = 100$),
- (E) $R_x T_m y (B, C)_z$ (R : (A) と同じ、 T_m : (B) と同じ、 $10 < x < 100$, $0 < y < 90$, $0 < z < 80$, $x + y + z = 100$),
- (F) $R_x T_m y M_z (B, C)_w$ (R : (A) と同じ、 T_m : (B) と同じ、 M : (C) と同じ、 $10 < x < 100$, $0 < y < 90$, $0 < z < 80$, $0 < w < 80$, $x + y + z + w = 100$),

(4) バルク体を粉砕し分級した後、又は該分級粉体に請求項3の(A)～(F)のいずれか1つを添加又はコーティングした後の熱処理を、真空又は不活性雰囲気中、400～900℃で3時間以内行うことを特徴とする請求項1～3記載のボンド磁石を製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

形状に成形した後、成形体をキュアする。

なお、上記の磁場中成形は、一般に、圧縮成形法を採用し、成形体の密度を高めて、良好な磁気特性を有するボンド磁石を製造している。

〈発明が解決しようとする課題〉

しかし、焼結型のR-Fe-B系永久磁石バルク体を原料として、ボンド磁石を製造すると、保磁力の劣化が激しく、充分な磁気特性を有する製品を得ることができない。

また、高速急冷型のR-Fe-B系永久磁石バルク体を原料とするボンド磁石においては、保磁力の劣化はないものの、角型性の劣化やエネルギー種の減少があり、充分な高磁気特性を引き出すことは困難である。

以上のような高速急冷型バルク体を原料とする場合の角型性の劣化、焼結型バルク体を原料とする場合の保磁力の劣化やエネルギー種の減少は、これらのバルク体を粉砕する際に発生する酸化やストレスの影響と考えられる。

本発明は、以上の諸点に鑑みてなされたもので

〈産業上の利用分野〉

本発明は、希土類元素(R) 鉄及びボロンを基本成分とする原料粉体を合成樹脂により結合させたボンド磁石の製造する方法に関し、特に、焼結型および急冷型のR-Fe-B系永久磁石バルク体を原料として、高い磁気特性を発揮するボンド磁石を製造する方法に関する。

〈従来の技術〉

従来、希土類磁石として、R-Fe-B系の磁石が開発されている。

このR-Fe-B系磁石には、焼結型と高速急冷型とがある。

一方、ボンド磁石は、従来、例えば、次のような方法で製造されていた。

すなわち、上記の高速急冷型あるいは焼結型のR-Fe-B系永久磁石バルク体を原料とし、これを粉砕し、粒径毎に分級する。そして分級された粉体に、この粉体のバインダーである合成樹脂(例えば、エポキシ樹脂等)を添加混合し、均一に混練する。そしてその混練物を磁場中で所定の

あって、その目的とするところは、上記の粉砕により劣化した磁気特性を回復し、高い磁気特性を有するボンド磁石を製造する方法を提案するにある。

〈課題を解決するための手段〉

本発明は、上記目的を達成するために、

(1) 希土類元素、鉄及びボロンを基本成分とする焼結型又は高速急冷型永久磁石バルク体を粉砕、分級し、熱処理した後、Al, Sn, Zn, In, Pb, Gaのいずれか1種の単体金属若しくは2種以上の合金、あるいは該6種の元素の少なくとも1種を含む共晶化合物からなる耐酸化性物質をコーティングし、再度熱処理した後、バインダーと混合して、磁場中成形することを特徴とするボンド磁石を製造する方法。

(2) 希土類元素、鉄およびボロンを基本成分とする焼結型又は高速急冷型永久磁石バルク体を粉砕、分級し、熱処理した後、樹脂からなる耐酸化性物質をコーティングし、次いでバインダーと混合して、磁場中成形することを特徴とするボンド

磁石を製造する方法。

(3) バルク体を粉砕、分級した後、該分級粉体に、下記(A)～(F)のいずれか1つを添加又はコーティングすることを特徴とする請求項1、2記載のボンド磁石を製造する方法。

(B) $R_x T_m y$ (R: (A)と同じ、

T_m : Fe, Coのうちの少なくとも1種又は1部をSi, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, W, Mg, Caのうちの少なくとも1種で置換したFe, Coのうちの少なくとも1種、

$$10 < x < 100, 0 < y < 90, \\ x + y = 100),$$

(C) $R_x M_y$ (R: (A)と同じ、

M: Al, Cu, Zn, Ga, Ge, Ag, In, Sn, Sb, Au, Biのうちの少なくとも1種、

$$20 < x < 100, 0 < y < 80, \\ x + y = 100),$$

(D) $R_x T_m y M_z$ (R: (A)と同じ、 T_m : (B)と同じ、M: (C)と同じ、

久磁石バルク粉体の酸化や機械的歪みの影響を大きく受けることに着目したもので、この酸化や機械的歪みと言った上記原料粉体の欠陥をバインダーとしての合成樹脂の混合前に、

(1) 上記粉体の熱処理→Al, Sn, Zn, In, Pb, Gaのいずれか1種の単体金属若しくは2種以上の合金、あるいは該6種の元素の少なくとも1種を含む共晶化合物からなる耐酸化性物質のコーティング→熱処理、あるいは、

(2) 上記粉体の熱処理→樹脂からなる耐酸化性物質のコーティングあるいは、

(3) 上記粉体に前述の(A)～(F)のいずれか1つの添加又はコーティング→上記(1)又は(2)の工程を行なうことにより解消するものである。

すなわち、焼結型R-Fe-B系永久磁石バルク体は、第2図(A)-1の模式図に示すように、例えば、 $Nd_2 Fe_{14} B$ を主相1とし、これをNdリッチ相2やBリッチ相3が取り囲んでいるニュークリエーション型磁石である。

ニュークリエーション型磁石は、上記の主相1

$$10 < x < 100, 0 < y < 90, \\ 0 < z < 80, x + y + z = 100),$$

(E) $R_x T_m y (B, C)_z$ (R: (A)と同じ、 T_m : (B)と同じ、

$$10 < x < 100, 0 < y < 90, \\ 0 < z < 80, x + y + z = 100),$$

(F) $R_x T_m y M_z (B, C)_w$ (R: (A)と同じ、 T_m : (B)と同じ、M: (C)と同じ、

$$10 < x < 100, 0 < y < 90, \\ 0 < z < 80, 0 < w < 80, \\ x + y + z + w = 100),$$

(4) バルク体を粉砕し分級した後、又は該分級粉体に請求項3の(A)～(F)のいずれか1つを添加又はコーティングした後の熱処理を、真空又は不活性雰囲気中、400～900℃で3時間以内を行うことを特徴とする請求項1～3記載のボンド磁石を製造する方法、を特徴とする。

(作 用)

本発明はボンド磁石化した際の磁気特性が、原料となる焼結型及び高速急冷型R-Fe-B系永

を取り囲むNdリッチ相2との界面が保磁力を発生させる重要な働きをしており、さらに主相内に逆磁区の芽となる欠陥(例えばクラック、転位)の少ないものが第2図(A)-2に示すような良好な磁気特性を発揮する。

このようなバルク体を粉砕すると、第2図(B)-1の模式図に示すように、主相1が割れ、主相1の周囲にNdリッチ相の欠け部分が生じたり、主相1内にクラック等の欠陥が発生し、第2図(B)-1に示すように保磁力は激減する。

本発明では、このような粉砕粉体に上記の(1)または(2)または(3)の処理を施す。

(1)、(2)の処理の場合は、先ず、熱処理により第3図(a)の模式図に示すように、第2図(B)-1のNdリッチ相2の欠け部分が解消され、第3図(b)に示すように磁気特性が回復する。次いで、第3図(a)に示す状態の粉体表面に耐酸化性物質がコーティングされる。そのため、その後の処理の際に大気との接触が防止され、表面の劣化がほとんど無くなり、従来以上の磁気特性が発現する。

なお、上記(2)の耐酸化性物質として樹脂を用いる場合は熱処理を必要としない。これは、この樹脂として例えば、エポキシ、アクリル、フェノール系樹脂を使用する場合、これらの樹脂を溶媒で希釈し、これを不活性雰囲気中で粉体に噴霧したり、あるいは溶媒で希釈した樹脂中に粉体を浸漬する等して粉体表面に均一にコーティングすることができるからである。

これに対し、上記(1)の耐酸化性物質を使用する場合は、粉体表面に均一にコーティングさせるために、粉体の表面で、この耐酸化性物質を融解させる必要があるため、コーティング後に熱処理を行わなければならない。

また、上記(3)の処理の場合は、第2図(B)-2の状態の粉体に前述の(A)～(F)のいずれか1つを添加又はコーティングし、これを熱処理すると、(A)～(F)のいずれか1つが粉体表面で融解して、粉体表面に流れ、内部に浸透して、Ndリッチ相2の欠け部分を補い、機械的歪みや、酸化皮膜等の不都合を解消し、主相1の界面を再び元の界面

と同等の界面となるように回復する。そして、回復した界面部が、その後の処理で侵されないように、上記の耐酸化性物質で保持する。

以上の(1)～(3)の処理における熱処理(1)の処理の場合は耐酸化性物質のコーティングの前後に行なう熱処理)で、上記のような作用を得るために、温度は、400～900℃で、特に600～800℃とするのが良い。すなわち400℃より低温であると、原子拡散が不十分で、上記のような作用が生じない。900℃より高温であると、結晶粒径が粗大化したり、酸化が生じて、磁気特性がかえって劣化するばかりでなく、成形体の形状変化が生じる等の不都合が生じる。

また、上記の熱処理の時間は、上記の熱処理温度に応じて適宜選択されるが、3時間を超えると、結晶粒径の粗大化及び酸化により磁気特性を劣化させるため、本発明では3時間以内とするのである。

なお、0.2時間より短時間であると、上記粒子間及び結晶粒界面での原子拡散が不十分となるこ

とがあるため、熱処理時間の下限は0.2時間とすることが好ましい。

更に、上記の熱処理を真空又は不活性雰囲気中で行なうのは、上記の割れ面及びクラック4や界面破壊5の酸化が熱により促進されるため、この酸化を防止するためである。

また、上記の熱処理は、第4図(A)に示すように連続的な熱処理に限られることなく、第4図(B)に示すようにA+B+C+D……=3時間以内となるような不連続的な熱処理であっても上記の作用を得ることができる。

本発明では、以上の熱処理の後に、樹脂含浸を行なう。

これにより、成形後の粒子に樹脂が侵入し粒子と粒子とをロックさせ、成形後の形状を強固に保つことが可能となる。

以上の作用を発現させるための原料である焼結型のR-Fe-B系永久磁石バルク体として、本発明では、R(Rは、Nd, Pr, Dy, Ho, Tbのうちの少なくとも1種又は更にLa, Ce,

Sm, Gd, Er, Eu, Tm, Yb, Lu, Yのうちの少なくとも1種からなる)8～30原子%, B2～28原子% Fe42～90原子%の組成からなるものが好ましく使用される。更に、キューリー点の向上等を目的として、Feに対してCoを50%まで置換しても良い。

また、高速急冷型については、結晶粒径の差はあるが同様の作用を示す。

(実施例)

実施例1

第1図(A)に示すフローにより本発明に係る方法を実施した。

本例では、組成式(Nd_{14.1}Pr_{0.4}Dy_{1.5})_{18.0}Fe_{77.0}B_{7.0}で表されるNd-Fe-B系合金をジェットミルにより粉碎し、平均粒径3μmの微粉体とし、この粉体を磁場で成形後、焼結し、時効処理して得た焼結型Nd-Fe-B系永久磁石バルク体を原料とした。なお、この原料バルク体の磁気特性は、次の通りであった。

B r	:	11.0	kG
i H c	:	18.6	kOe
(B · H) _{max}	:	29.0	MG0e

上記の原料をジョークラッシャーにより粉砕し、分級して125 μ m以下の粉体を得た。

この分級粉体を1 $\times 10^{-6}$ Torrの真空中、700℃で1時間熱処理した。この時の熱処理は、第4図(A)に示すパターンで行なった。

この粉体を蒸着装置内に導入し、1 $\times 10^{-6}$ Torrの真空中で耐酸化性金属としてAl, Zn, Pb, Al-Si, Pb-Seを使用し、これらが平均膜厚0.5 μ mとなるように蒸着させた。

これらの蒸着後の粉体を1 $\times 10^{-6}$ Torrの真空中、700℃で1時間熱処理した。この時の熱処理は、第4図(A)に示すパターンで行なった。

次いで、これらの粉体に対して3wt%のエポキシ樹脂を乳鉢によって十分に混合し、15kOeの磁場中で配向させながら、成形圧3ton/cm²で圧縮成形し、120℃で2時間のアフターキュアを行なった。

溶解液を急冷し、薄帯を得、これを粉砕、ホットプレス及びダイアップセットの熱間加工を施して得た高速急冷型Nd-Fe-Co-B系永久磁石バルク体を原料とした。

尚、この原料バルク体の磁気特性は次の通りであった。

B r	:	11.8	kG
i H c	:	11.0	kOe
(B · H) _{max}	:	32.0	MG0e

上記の原料を使用する以外は、実施例1と全く同様にしてボンド磁石を製造し、各々の試料についての磁気特性の測定結果に本発明例2として併せて示す。

また、比較のために、第5図(B)に示す従来法のフローで製造した3個の試料について同様の磁気特性を測定し、その結果を第1表に比較例2として併せて示す。

第1表から明らかなように、本発明例2では、比較例2に比し、Br, (B · H)_{max}共に増加していることがわかる。

以上のようにして、各々3個のボンド磁石(試料)を製造した。この各々3個の試料について、磁気特性を測定し、この結果を第1表に示す。

尚、比較のために第5図(A)に示す従来法のフローで製造した3個の試料について同様の磁気測定を行ない、その結果を第1表に併せて示す。

第1表から明らかなように、従来法比較例1)ではBr, iHc, (B · H)_{max}ともに著しく低いボンド磁石が得られることがわかる。このことから、原料バルク体の粉砕により低下した磁気特性は、比較例1の圧縮成形のみでは回復しないことがわかる。これに対し粒子表面にコーティングし、熱処理を行なう本発明例1では、Br, iHc, (B · H)_{max}ともに著しく増加していることがわかる。

実施例2

第1図(A)に示すフローにより本発明に係る方法を実施した。

本例では、組成式 Nd_{13.3}Fe_{78.5}Co_{2.8}B_{5.4}で表されるNd-Fe-Co-B系合金の

第1表

	蒸着元素	No.	Br(kG)	iHc(kOe)	(B · H) _{max} (MG0e)
比較例1		1	8.5	2.5	4.0
		2	6.4	2.8	3.5
		3	6.4	2.8	3.8
	Al	4	7.8	8.1	13.0
	"	5	7.9	7.9	12.8
	"	6	7.8	8.0	13.2
	Zn	7	7.8	8.0	13.2
	"	8	7.7	8.0	13.0
	"	9	7.7	7.9	13.0
	Pb	10	7.8	7.8	12.9
	"	11	7.7	7.9	13.0
	"	12	7.7	7.9	13.0
	Al-Si	13	7.9	8.0	13.4
	"	14	7.8	8.0	13.2
	"	15	7.8	8.1	13.3
本発明例1	Pb-Se	16	7.9	8.2	13.5
	"	17	7.9	8.1	13.4
	"	18	8.0	8.1	13.7
		19	7.4	8.0	11.8
		20	7.5	9.0	11.9
		21	7.4	8.8	11.5
	Al	22	7.7	9.1	12.1
	"	23	7.7	9.2	12.9
	"	24	7.6	9.2	12.7
	Zn	25	7.7	9.1	12.8
	"	26	7.7	9.0	12.9
	"	27	7.8	9.1	12.9
	Pb	28	7.6	9.0	12.7
	"	29	7.6	9.0	12.6
	"	30	7.5	8.9	12.6
比較例2	Al-Si	31	7.8	9.2	12.9
	"	32	7.9	9.2	12.8
	"	33	7.8	9.2	12.8
	Pb-Se	34	7.8	10.2	14.0
	"	35	7.9	10.2	13.0
	"	36	7.8	10.1	12.9

実施例 3

第1図(B)に示すフローにより本発明に係る方法を実施した。

また、原料バルク体は実施例1、実施例2と同じ粉体を使用した。

この粉体を蒸着装置内に導入し、 1×10^{-8} Torrの真空中で次の(A)～(F)の組成物を平均膜厚 $0.5 \mu\text{m}$ となるように蒸着させた。

(A) Nd, Dy

(B) $\text{Nd}_{75}\text{Fe}_{25}$, $\text{Pr}_{79}\text{Fe}_{21}$

(C) $\text{Nd}_{85}\text{Al}_{15}$, $\text{Pr}_{82}\text{Al}_{18}$

(D) $\text{Nd}_{87}\text{Fe}_{26}\text{Cr}_7$

(E) $\text{Nd}_{87}\text{Fe}_{28}\text{B}_7$

(F) $\text{Dy}_{67}\text{Fe}_{28}\text{Cu}_7$

蒸着後の粉体を 1×10^{-8} Torrの真空中、700℃で1時間熱処理した。この時の熱処理は第4図(A)に示すパターンで行った。

次に、これらの粉体を、再度、蒸着装置内に導入し、 1×10^{-8} Torrの真空中で耐酸化性金属としてAlを平均膜厚 $0.5 \mu\text{m}$ となるように蒸着さ

せた。

蒸着後の粉体を 1×10^{-8} Torrの真空中、700℃で1時間熱処理した。この時の熱処理は第4図(A)に示すパターンで行なった。

そして、これらの粉体に対して3wt%のエポキシ樹脂を乳鉢によって十分に混合し、15kOeの磁場中で配向させながら、成形圧3ton/cm²で圧縮成形し、120℃で2時間のアフターキュアを行なった。

以上のようにして各々3個のボンド磁石試料を製造した。これら各々3個の試料について、磁気特性を測定し、この結果を第2表の本発明例3及び第3表の本発明例4に夫々示す。

第2表
(焼結型バルク体を原料とするもの)

	蒸着元素		No.	Br(kG)	Hc(kOe)	(B-H) _{max} (MOe)
	コーティング-1	コーティング-2				
本 発 明 例 3	Nd	Al	1	7.9	9.9	13.7
	"	"	2	7.8	9.8	13.6
	"	"	3	7.8	9.8	13.6
	Dy	"	4	7.8	9.7	13.5
	"	"	5	7.8	9.7	13.5
	"	"	6	7.7	9.8	13.9
	$\text{Nd}_{75}\text{Fe}_{25}$	"	7	7.9	10.1	13.7
	"	"	8	7.9	10.1	13.7
	"	"	9	7.8	10.2	13.5
	$\text{Pr}_{79}\text{Fe}_{21}$	"	10	7.8	10.0	13.4
	"	"	11	7.7	10.0	13.3
	"	"	12	7.7	9.9	13.8
	$\text{Nd}_{85}\text{Al}_{15}$	"	13	7.8	9.9	13.2
	"	"	14	7.5	9.8	13.1
	"	"	15	7.6	9.8	13.2
	$\text{Pr}_{82}\text{Al}_{18}$	"	16	7.5	9.7	13.0
	"	"	17	7.5	9.7	13.0
	"	"	18	7.5	9.7	13.0
	$\text{Nd}_{87}\text{Fe}_{26}\text{Cr}_7$	"	19	7.9	10.3	13.6
	"	"	20	7.9	10.4	13.9
	"	"	21	7.9	10.4	14.0
	$\text{Nd}_{87}\text{Fe}_{28}\text{B}_7$	"	22	8.1	10.5	14.3
	"	"	23	8.0	10.5	14.2
	"	"	24	8.1	10.4	14.4
	$\text{Dy}_{67}\text{Fe}_{28}\text{Cu}_7$	"	25	7.9	10.1	13.8
	"	"	26	8.0	10.0	13.9
	"	"	27	7.8	10.1	13.7

第 3 表
(高速急冷型バルク体を原料とするもの)

	添 加 元 素		No.	Br(kG)	iHc(kOe)	(B·H) _{max} (MGOe)
	コーティング-1	コーティング-2				
本 発 明 例 1 4	Nd	Al	1	7.7	10.1	13.3
	"	"	2	7.8	9.9	13.5
	"	"	3	7.8	9.9	13.5
	Dy	"	4	7.7	9.9	13.3
	"	"	5	7.7	9.9	13.3
	"	"	6	7.8	9.8	13.2
	Nd ₇₅ Fe ₂₅	"	7	7.8	10.1	13.3
	"	"	8	7.8	10.2	13.3
	"	"	9	7.7	9.9	13.1
	Pr ₇₉ Fe ₂₁	"	10	7.7	10.0	13.1
	"	"	11	7.8	10.1	12.9
	"	"	12	7.9	10.1	12.9
	Nd ₈₅ Al ₁₅	"	13	7.8	10.0	12.9
	"	"	14	7.6	9.9	12.9
	"	"	15	7.5	9.9	12.7
	Pr ₈₂ Al ₁₈	"	16	7.8	9.9	12.9
	"	"	17	7.5	9.8	12.8
	"	"	18	7.6	9.8	12.9
	Nd ₈₇ Fe ₂₈ C ₇	"	19	7.8	10.1	13.8
	"	"	20	7.9	10.2	13.8
	"	"	21	7.8	10.2	13.7
本 発 明 例 5	Nd ₈₇ Fe ₂₈ B ₇	"	22	8.0	10.3	14.0
	"	"	23	8.1	10.1	14.2
	"	"	24	8.0	10.3	14.1
	Dy ₆₇ Fe ₂₆ Cu ₇	"	25	8.0	9.9	13.8
	"	"	26	7.9	10.0	13.8
	"	"	27	7.9	10.0	13.7

μ_{max} のピーク位置の違いは、700℃以上で4πI-Hループの角型性が減少するためである。以上により、熱処理効果は、400～900℃、好ましくは600～800℃の範囲で発現することがわかる。

実施例 5

熱処理時間を種々変えた以外は実施例-1と全く同様にして本発明に係る方法を実施し、得られたボンド磁石の磁気特性を測定した。この結果を第7図に示す。

同図から明らかなように、3時間より長時間であると磁気特性の低下がみられ、また1時間より短時間であっても磁気特性の低下がみられる。

実施例 6

実施例1で調整した分級粉体を実施例1と同じ条件で熱処理した後、この粉体を粘度20センチポアズのエポキシ樹脂の入った容器の中に入れ、これをデシケーター中に移し、真空度 1×10^{-2} Torrに脱気処理し、30分間保持後、これらの粉体表面の残エポキシ樹脂を吸湿性のシートにて吸

第2表、第3表から明らかなように、第1表に示す従来例に比べ、焼結型については、Br, iHc, (B·H)_{max} 共に著しい向上がみられ、同様高速急冷型についてもBr, (B·H)_{max} の向上がみられる。しかも、希土類元素及びこれらを含む合金を蒸着することにより、第1表に示す本発明例1及び2以上の高特性のボンド磁石が得られることが判る。

実施例 4

熱処理温度を種々変えた以外は実施例1と全く同様にして本発明に係る方法を実施し、得られたボンド磁石の磁気特性を測定した。この結果を第6図に示す。

同図から明らかなように、磁気特性は熱処理温度にかなり依存しており、400℃より低温では熱処理効果が見られず、400℃でその効果が現れる。また、400℃より高温になるにしたがい、iHc, (B·H)_{max} とともに増加して行き、700℃で(B·H)_{max} が最高になり、900℃を超えると著しく減少する。iHcと(B·H)

収させ、その後真空中、120℃で1時間加熱硬化処理を行なった。

そして、これらの粉体に対して3wt%のエポキシ樹脂を乳鉢によって十分に混合し、15kOeの磁場中で配向させながら、成形圧3ton/cm²で圧縮成形し、120℃で2時間のアフターキュアを行なった。

以上のようにして、各々3個のボンド磁石(試料)を製造した。

この各々3個の試料について、磁気特性を測定し、この結果を第4表に本発明例5として示す。

第 4 表

	コーティング材	No.	Br(kG)	iHc(kOe)	(B·H) _{max} (MGOe)
本 発 明 例 5	エポキシ樹脂	1	7.8	7.8	12.9
	"	2	7.8	7.8	12.8
	"	3	7.7	7.7	12.8

第4表から明らかなように、耐酸化物質を高分子樹脂としても実施例1と同様な効果が得られることが判る。

なお、本例では、この耐酸化性物質であるエポキシ樹脂をコーティングした後、120℃で1時間の加熱硬化処理を行なったが、この加熱硬化処理を省略しても第4表と同様の効果を得ることができた。

(発明の効果)

以上詳述した本発明に係る方法によれば、原料である焼結型及び高速急冷型永久磁石バルク体の粉砕により生じる粉体の化学的活性に起因する欠陥を、成形の前に、耐酸化性物質、あるいは希土類元素と耐酸化性物質とのコーティング及び熱処理により解消することができる。

これにより従来以上の高磁気特性を有するボンド磁石を製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

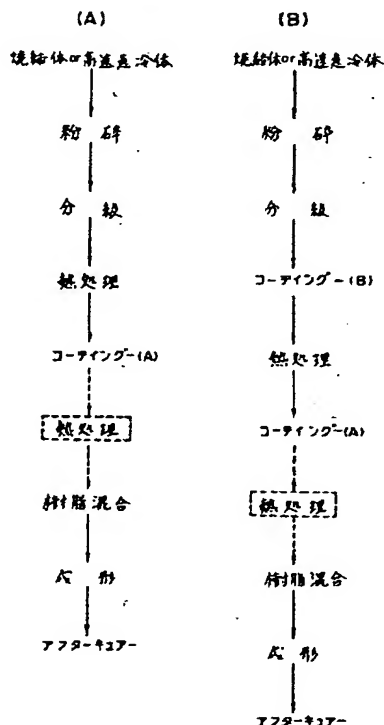
第1図(A)、(B)は本発明に係る方法を工程順に示す図、第2図～第3図は本発明に係る方法の

作用を説明するための図、第4図(A)、(B)は本発明に係る熱処理パターンを示す図、第5図(A)、(B)は従来法のフローを示す図、第6図～第7図は本発明の実施例と結果を示す図である。

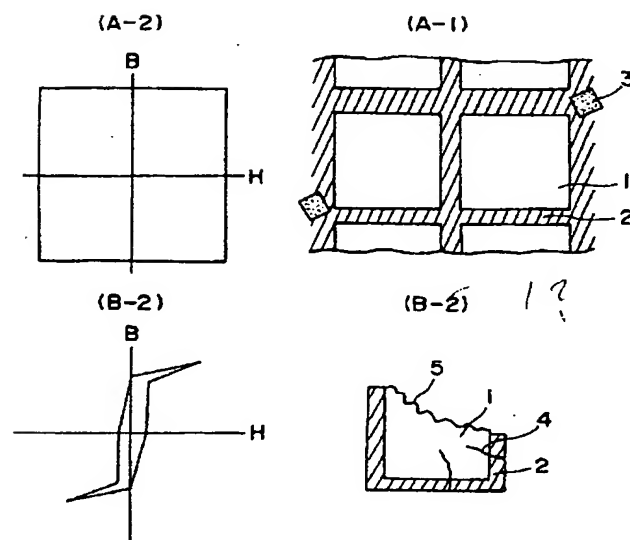
特許出願人
代理人
同

富士電気化学株式会社
弁理士 一色健輔
弁理士 松本雅利

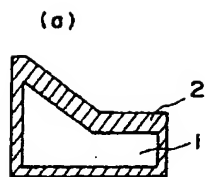
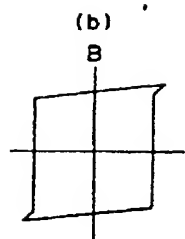
第1図



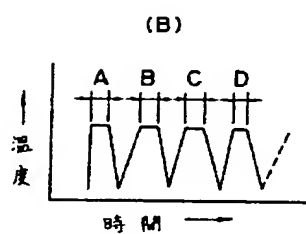
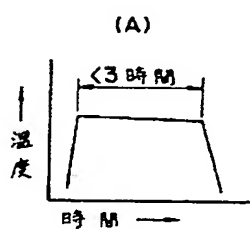
第2図



第 3 圖



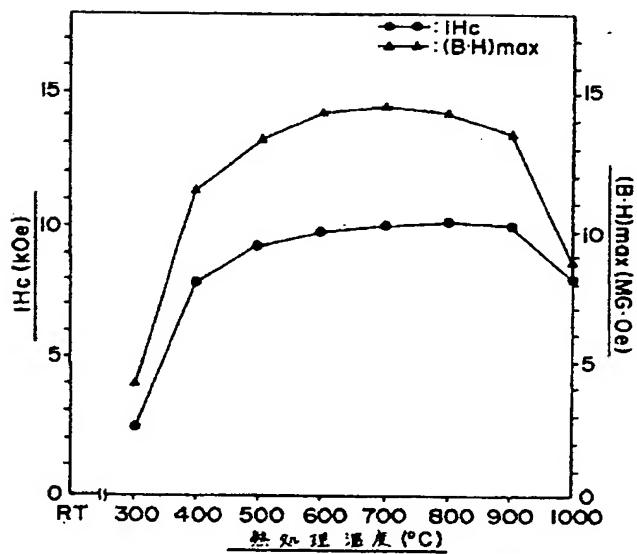
第 4 圖



第 5 圖



第 6 圖



第 7 圖

